

特表平6-507928

第3部門第3区分

(43) 公表日 平成6年(1994)9月8日

(51) Int.Cl. ³	識別記号	序内整理番号	F I
C 0 8 K 3/22	K A E	7242-4 J	
B 2 2 F 1/00	W	8928-4 K	
1/02	B	8928-4 K	
C 0 8 K 3/38	K A H	7242-4 J	
C 0 8 L 101/00	L S Y	7242-4 J	
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 7 頁) 最終頁に続く			

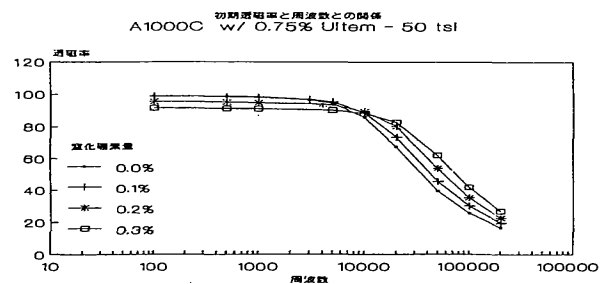
(21) 出願番号 特願平5-500232
 (86) (22) 出願日 平成4年(1992)5月15日
 (85) 翻訳文提出日 平成5年(1993)11月17日
 (86) 国際出願番号 P C T / U S 9 2 / 0 4 1 2 7
 (87) 国際公開番号 W O 9 2 / 2 0 5 2 2
 (87) 国際公開日 平成4年(1992)11月26日
 (31) 優先権主張番号 7 0 1, 7 7 6
 (32) 優先日 1991年5月17日
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (81) 指定国 EP (AT, CH, DE, ES, FR, GB, IT, SE), JP, KR

(71) 出願人 ホーガニーズ コーポレイション
 アメリカ合衆国, ニュージャージー
 08077, リバートン, リバー ロード ア
 ンド テイラーズ レーン (番地なし)
 (72) 発明者 ラッツ, ハワード ジー,
 アメリカ合衆国, ペンシルバニア 18940,
 ニュータウン, バレー ビュー ウェイ
 103
 (72) 発明者 オリバー, クリストファー
 アメリカ合衆国, ニュージャージー
 08016, バーリントン, ライブラリー ス
 トリート 10
 (74) 代理人 弁理士 宇井 正一 (外3名)
 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱可塑性樹脂被覆を施した磁性粉末組成物およびその作成方法

(57) 【要約】

熱可塑性樹脂材料のほぼ均一な被覆を施されそして窒化硼素粉末と混合された鉄粒子を含んで成る鉄粉末組成物と、この混合物を用いて磁心部品を製造する方法とが提供される。この鉄粉末混合物の特徴は、約1 wt%以下の窒化硼素によって高温成形における抜き取り圧力および滑り金型突き出し圧力が減少し、広範な周波数範囲にわたって磁性部品の透磁率が向上する。



請 求 の 範 囲

1. 強磁性粉末組成物であって、
熱可塑性樹脂材料の被覆を周囲にほぼ均一に施した芯部材としての鉄粒子であって、この被覆付鉄粒子の重量の約0.001%～約15%が上記熱可塑性樹脂材料である鉄粒子、および
上記被覆付粒子の重量の約1wt%以下の量で上記被覆付粒子に混合されている窒化硼素粉末
を含んで成る磁性部品成形用の強磁性粉末組成物。
2. 上記被覆付粒子の重量の約0.05～20%の量で上記窒化硼素が存在する請求項1記載の組成物。
3. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆付粒子の約0.4～20%を構成し、上記被覆付粒子は見掛密度が約2.4g/cm³～約2.7g/cm³である請求項2記載の組成物。
4. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆付粒子の重量の約0.6～0.9%を構成する請求項1記載の組成物。
5. 上記熱可塑性樹脂材料が、ポリエーテルスフホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、およびこれらの組み合わせから成る群から選択される請求項1記載の組成物。
6. 上記芯部材である鉄粒子は重量平均粒径が約10～200μmである請求項5記載の組成物。
7. 磁性部品を作成する方法であって、
熱可塑性樹脂材料の被覆を周囲にほぼ均一に施した芯部材としての鉄粒子であって、この被覆付鉄粒子の重量の約0.001%～約15%が上記熱可塑性樹脂材料である鉄粒子と、上記被覆付粒子の重量の約1wt%以下の量で上記被覆付粒子に混合されている窒化硼素粉末を含んで成る鉄基粉末組成物を準備する工程、および
上記組成物を金型内で一体の磁心部品を形成するのに十分な温度および圧力で加圧する工程
を含んで成る、磁心部品の作成方法。
8. 上記窒化硼素が上記被覆付粒子の重量の約0.05～0.4%の量で存在する請求項7記載の方法。
9. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆付粒子の重量の約0.4～2.0%を構成し、上記被覆付粒子は見掛密度が約2.4g/cm³～2.7g/cm³である請求項8記載の方法。
10. 上記熱可塑性樹脂材料が上記鉄粒子の重量の約0.6～0.9%を構成する請求項7記載の方法。
11. 上記熱可塑性樹脂材料がポリエーテルスフホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、およびこれらの組み合わせから選択される請求項7記載の方法。
12. 上記芯部材である鉄粉末は重量平均粒径が約10～200μmである請求項11記載の方法。
13. 上記加圧工程が圧縮成形プロセスの一部である請求項8記載の方法。
14. 上記圧縮成形プロセスが、
上記金型を上記熱可塑性樹脂材料のガラス転移温度よりも高い温度に加熱する工程、および
上記金型内にある上記組成物に約5～200t/siの圧力をかける工程
を含んで成る請求項13記載の方法。
15. 上記圧縮圧力が約50t/siより低く、約5.750psi未満の抜き取り圧力と約5.000psi未満の滑り突き出し圧力を生成する請求項14記載の方法。

16. 下記の工程、
(a) 重量平均粒径が約10～200μmである鉄粒子を準備する工程、
(b) 熱可塑性樹脂材料を有機溶媒に溶かした被覆溶液を準備する工程、
(c) 空気の流れの中で上記粒子を流動化させる工程、
(d) 上記流動化された粒子を約25℃以上で上記溶媒の沸点よりは低い最低温度にまで加熱する工程、および
(e) 上記流動化された粒子を上記被覆溶液に接触させる工程
を含んで成る、鉄粒子に熱可塑性樹脂材料を被覆する方法。
17. 上記熱可塑性樹脂材料が、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、およびこれらの組み合わせから選択される請求項16記載の方法。
18. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆溶液の約5～10wt%を構成する請求項17記載の方法。
19. 上記溶媒がメチレンクロライドである請求項18記載の方法。
20. 十分な被覆溶液を用いて、見掛密度が約2.4g/cm³～約2.7g/cm³である被覆付粒子を形成する請求項18記載の方法。
21. 十分な被覆溶液を用いて、上記被覆付粒子の重量の約0.2～4.0%の熱可塑性樹脂被覆を持つ被覆付粒子を形成する請求項20記載の方法。

16. 下記の工程、
(a) 重量平均粒径が約10～200μmである鉄粒子を準備する工程、
(b) 熱可塑性樹脂材料を有機溶媒に溶かした被覆溶液を準備する工程、
(c) 空気の流れの中で上記粒子を流動化させる工程、
(d) 上記流動化された粒子を約25℃以上で上記溶媒の沸点よりは低い最低温度にまで加熱する工程、および
(e) 上記流動化された粒子を上記被覆溶液に接触させる工程
を含んで成る、鉄粒子に熱可塑性樹脂材料を被覆する方法。
17. 上記熱可塑性樹脂材料が、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、およびこれらの組み合わせから選択される請求項16記載の方法。
18. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆溶液の約5～10wt%を構成する請求項17記載の方法。
19. 上記溶媒がメチレンクロライドである請求項18記載の方法。
20. 十分な被覆溶液を用いて、見掛密度が約2.4g/cm³～約2.7g/cm³である被覆付粒子を形成する請求項18記載の方法。
21. 十分な被覆溶液を用いて、上記被覆付粒子の重量の約0.2～4.0%の熱可塑性樹脂被覆を持つ被覆付粒子を形成する請求項20記載の方法。

明 細 書

熱可塑性樹脂被覆を施した磁性粉末組成物およびその作成方法

発明の分野

本発明は、磁性部品の成形に有用な鉄基粉末組成物と、熱可塑性樹脂被覆を施した上記組成物の粉末成分の作成方法とに関する。本発明はまた、広い周波数範囲にわたって高い透磁率を維持する組成物から磁心部品を作成する方法にも関する。

発明の背景

発電機や変圧器等の電気/磁気エネルギー変換装置に用いる磁心部品を研究するには、その磁心部品について幾つかの物理的および電磁気的な性質を解析する必要がある。鉄心部品の2つの重要な特性は透磁率と鉄損である。透磁率は材料が磁化される能力あるいは磁束を通す能力の指標である。透磁率は磁化の力あるいは磁界の強さに対する誘導磁束の比として定義されている。急速に変化している磁界中に磁性材料を曝した場合、その結果、磁心でのエネルギー損失が生ずる。この鉄損は一般に、ヒステレシス損と渦電流損の2種類に分けられている。ヒステレシス損は、鉄心部品内部に残留している磁力に打ち勝つために必要なエネルギーが消費されることに起因している。渦電流損は、交流(AC)によって磁束が変化する場合に鉄心内部に電流が発生することに起因している。

初期の磁心部品は積層鋼板から作成されていたが、高周波での鉄損が大きい上、生産上も困難であるという問題があった。またこの積層型磁心は、渦電流損を大きくしないためには鋼板面内のみに磁束を通さなければならないという使用上の制約もあった。磁心部品

用材料として積層銅板の代わりに金属粉末焼結体を用いることも行われたが、やはり鉄損が大きいため、始めから直流(DC)での作動のみに制限されている。

最近では、磁心部品の技術開発は鉄粉末粒子の表面に種々の被覆を施した非焼結型の鉄基粉末を用いることが中心になってきている。この技術開発は、他の特性を損なわずに特定の物理的および磁気的性質を高める鉄粉末組成物の開発を狙って行われている。望ましい特性としては、広範な周波数領域にわたって透磁率が高く、プレス成形した際の強度が高く、鉄損が低く、そして圧縮成形法に適していることが挙げられる。

AC用磁心部品を成形する際に一般に必要なとされるのは、鉄損を小さくするために鉄粒子に電気絶縁性被覆を施してあることである。鉄粒子を絶縁することにより渦電流損を小さくするために、プラスチック被覆を用いたり(Yamaguchi のアメリカ合衆国特許第 3,935,340号)、鉄粒子に2重の被覆を施したり(Soilleau et al.のアメリカ合衆国特許第 4,601,765号)することが行われてきた。しかし、これらの粉末組成物は多量の結合剤を必要とし、その結果プレス成形状態での密度が低くなり、結局は透磁率の低下を招くことになる。その上、このような鉄粉末混合物に圧縮成形法を行う際に金型の加熱が必要になった場合、適当な潤滑剤を用いないと大きな抜き取り(ストリップング)圧力・滑り突き出し(スライディングエジェクション)圧力が発生する。その結果、金型の損耗が増えるし、成形した部品に抜き疵が生ずる。ステアリン酸亜鉛のような従来からの金型潤滑剤は、室温での圧縮成形には有効であっても、被覆した粉末組成物の成形には樹脂の流動に高温圧縮成形が必要なので、用いることができない。

Ochiai et al. のアメリカ合衆国特許第 4,927,473号に開示され

ている鉄基粉末組成物は、窒化硼素のような無機粉末の絶縁層を粒子に被覆してある。この被覆された粒子は、圧縮成形法により磁心を成形するのに用いられる。この被覆された鉄粒子には外側を覆う熱可塑性樹脂の第2被覆が無く、そのため磁心の強度が低くくなっていることが分かった。

そのため、広範な周波数領域にわたって透磁率が高く、プレス成形後の強度が比較的高く、鉄損が少なく、そして成形状態での抜き取り圧力・滑り突き出し圧力が小さい、という性質を特徴とする鉄粉末組成物を求める要請がある。

発明の概要

本発明は、磁性部品を形成するのに非常に有用な鉄基粉末組成物を提供する。この粉末組成物は、周囲に熱可塑性樹脂材料の実質的に均一な被覆を施された鉄心粒子であって熱可塑性樹脂材料は被覆された粒子の約15wt%を構成している鉄心粒子と、この被覆された粒子に混合した窒化硼素粉末とを含んで成る。望ましい態様においては、この熱可塑性樹脂材料は、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレン、またはこれらの組み合わせであり、窒化硼素粉末は熱可塑性樹脂被覆を施された粒子の約1wt%以内の量で存在する。

本発明はまた、上記磁性組成物を成形する方法をも提供する。この方法は端的には、上記本発明の粉末組成物を金型内に装入する操作と、そして一体の磁心部品を形成するのに十分な温度および圧力で上記組成物を金型内に押し込む操作とを含む。一般に、先ず金型を熱可塑性樹脂材料のガラス転移温度よりも高温に加熱する。本発明の組成物および方法によって作成された磁性部品は、プレス成形後の強度が高く、広い周波数範囲にわたって透磁率が高く、そして

鉄損が小さい、という特徴がある。更に、本発明の組成物は比較的高密度にプレス成形でき、抜き取り圧力・滑り突き出し圧力が低いので、金型の損耗が少なく、成形製品を金型から取り出す際の抜き疵の発生も少ない。

本発明はまた、熱可塑性樹脂被覆を施した鉄粒子を製造する方法をも提供する。この粒子を空气中で流動化させ、熱可塑性樹脂材料の溶液と接触させる。このプロセスは、見掛け密度約2.4g/cm³から約2.7g/cm³の被覆された粒子を生成する条件下で行うことが望ましい。

図面の簡単な説明

図1は窒化硼素の量を種々に変化させた本発明の粉末組成物から作成した磁心部品について初期透磁率と周波数の関係を示す。

図2は窒化硼素の量を種々に変化させた本発明の粉末組成物で作成した磁心部品の透磁率と誘導磁界の強さとの関係を示す。

図3は窒化硼素の量を種々に変化させた本発明の粉末組成物から作成した磁心部品について鉄損と周波数との関係を示す。

望ましい態様の詳細な説明

本発明によれば、磁性部品の製造に有用な鉄基粉末組成物が提供される。本発明の粉末組成物は熱可塑性樹脂結合剤を被覆した鉄心粒子を窒化硼素粉末に混合して成る。本発明により提供される鉄基粉末組成物は、高スイッチング周波数磁気装置用の、あるいは鉄損が低くなくてはならない磁心部品用の磁性部品を成形するのに特に有用である。

出発材料としての鉄基磁心粒子は鉄あるいは強磁性材料の高圧縮性粉末であり、重量平均粒子径が約10～200μmであることが

望ましい。この粉末の一例としてANCORSTEEL 1000C粉末があり、これはほぼ純鉄の粉末であって、典型的なスクリーンプロファイルは325メッシュ未満の粒子が約13wt%、100メッシュを超える粒子が約17wt%で、残りがこれら両サイズの間であり、Hoeganaes Corporation, Riverton, New Jersey から市販されている。このANCORSTEEL 1000C粉末の典型的な密度は約2.8～約3g/cm³である。

鉄粒子に熱可塑性樹脂材料を被覆して、この熱可塑性樹脂材料のほぼ均一な被覆を形成する。個々の粒子がそれぞれ周囲がほぼ均一に被覆されていることが望ましい。被覆された状態での鉄粒子の重量の約0.001～15%の被覆を形成するのに十分な熱可塑性樹脂材料を用いる。一般に熱可塑性樹脂材料の量は、被覆後の粒子重量の0.2%以上、望ましくは約0.4～2%、更に望ましくは0.6～0.9%である。

上記の熱可塑性樹脂被覆を施した鉄基粉末を用いることによって、プレス加工した状態での強度が向上すると共に、広い周波数範囲にわたって透磁率が一定している複雑な形状の磁性部品を成形できるという利点が得られる。本発明の鉄粉末組成物に多層のポリマー被覆を適用してもよい。ポリマーとしては、有機溶剤に溶解できる程に十分非結晶質であり且つWurster型の流動床式被覆機で流動化できるものであれば用いることができる。重量平均分子量が約10,000から50,000の範囲にある熱可塑性樹脂が望ましい。望ましい態様においては、熱可塑性樹脂材料はポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、またはポリフェニレンエーテルである。

本発明の熱可塑性樹脂として用いることができる適当なポリカーボネートは、ビスフェノールAポリカーボネートであり、これはポ

リ（ビスフェノールAカーボネート）としても知られている。これらのポリカーボネートは比重が約1.2～1.6の範囲にある。具体例としては、実験式 $(C_{12}H_{10}O_3)_n$ 、 $(n=30\sim60)$ のポリ（オキシカルボニルオキシ-1,4-フェニレン-（1-メチルエチリデン）-1,4-フェニレン）がある。市販のポリカーボネートとしてはGeneral Electric社から商標 LEXAN®樹脂の名で販売されているものがある。LEXAN®樹脂のうち最も望ましいものは LEXAN® 121および LEXAN® 141である。

適当なポリフェニレンエーテル熱可塑性樹脂としては、実験式 $(C_{12}H_{10}O)_n$ のポリ（2,6-ジメチル-1,4-フェニレンオキサイド）がある。このポリフェニレンエーテルホモポリマーを、ポリ（ブタジエンスチレン）等の耐衝撃性ポリスチレンのようなアロイ／ブレンド樹脂や、ナイロン66あるいはポリカプロラクタムあるいはポリ（アジピン酸ヘキサメチレンジアミン）等のポリアミドと混合することができる。これらの熱可塑性樹脂材料は比重が約1.0～1.4の範囲にある。市販のポリフェニレンとしては、General Electric社から商標 NORYL®樹脂の名で販売されているものがある。そのうち最も望ましいものは、NORYL® 844、888、および1222である。

適当なポリエーテルイミド熱可塑性樹脂としては、実験式 $(C_{12}H_{10}O_2N_2)_n$ 、 $(n=15\sim27)$ のポリ（2,2-ビス（3,4-ジカルボキシフェノキシ）フェニルプロパン）-2-フェニレンビスイミド）がある。このポリエーテルイミド熱可塑性樹脂は比重が約1.2～1.6の範囲である。市販のポリエーテルイミドとしては、General Electric社から ULTEM®樹脂の名で販売されているものがある。そのうち最も望ましいものは、ULTEM® 1000 である。

適当なポリエーテルスルホン熱可塑性樹脂は実験式が $(C_{12}H_6S_2O_4)_n$

SO_2 ）である。市販の適当なポリエーテルスルホンの一例としては、ICI 社から商品名 VICTREX PES®で販売されているものがある。そのうち最も望ましいものは VICTREX PES® 5200 である。

望ましい被覆方法においては、被覆処理は流動床プロセスによって行い、その際に望ましくはGlatt 社製の Wurster被覆機を用いる。Wurster被覆プロセスにおいては、鉄粒子を空気中で流動化させる。熱可塑性樹脂材料を適当な有機溶剤に解かした溶液を、アトマイジングノズルで Wurster被覆機の内部に噴霧すると、鉄粒子の流動床に溶液が接触する。熱可塑性樹脂材料に用いる有機溶剤は特に限定しないが、望ましい溶剤としてはメチレンクロライドおよび1,1,2-トリクロロエチレンがある。被覆溶液中の熱可塑性樹脂材料の濃度は3wt%以上であることと望ましく、約5～10wt%が更に望ましい。熱可塑性樹脂溶液をノズルまで送るのに蠕動ポンプを用いることが望ましい。熱可塑性樹脂材料の溶液を添加する前に、流動化した鉄粒子を望ましくは約25℃以上、更に望ましくは約30℃以上で溶剤の沸点未満にまで加熱することが望ましい。熱可塑性樹脂が溶け込んでいる液滴によって鉄粒子が濡らされ、濡れた粒子は霧箱（膨張室）に送り込まれ、霧箱内で蒸発により溶剤が粒子から取り除かれ、その結果、芯部を成す鉄粒子の周囲に熱可塑性樹脂材料の均一な被覆が形成される。鉄粒子の表面に被覆される熱可塑性樹脂材料の量は種々の手段によってモニターすることができる。この熱可塑性樹脂被覆過程をモニターする一つの方法は、被覆機をバッチ式で運転し、熱可塑性樹脂量が予め分かっている溶液を用い、1回のバッチ処理で所望の被覆率にするのに必要な熱可塑性樹脂の量を一定に管理することである。もう一つの方法は、流動床内の被覆された粒子を頻繁にサンプリングして炭素含有量を調べ、その結果と熱可塑性樹脂被覆量とを関係づけておくことである。

このプロセスによれば、周囲を熱可塑性樹脂材料でほぼ均一に被覆された鉄粒子が得られる。被覆処理プロセスで種々の処理条件を操作することにより、被覆された粒子の最終的な物理的性質を変えることができる。

望ましい熱可塑性樹脂被覆鉄粒子は、見掛密度が約2.4g/cm³～約2.7g/cm³であること、および被覆された状態での粒子重量の約0.4～2.0%が熱可塑性樹脂被覆分であることを特徴とする。この範囲内にある粒子から作成した部品は優れた磁気特性を示すことが分かった。

この熱可塑性樹脂被覆粒子を作成するための望ましい方法においては、17.8cm（7インチ）のコーティングインサートを持つGlatt GPCG-5 Wurster被覆機を用いる。具体例として、見掛密度が約3.0g/cm³のANCORSTEEL A1000C 鉄粉末（Hoeganaes社）17kgをこの被覆機に装入する。この粉末を流動化し、約33～37℃望ましくは35℃の処理温度にする。溶剤を被覆機内に噴霧してノズル部分を洗浄化する。ULTEM®樹脂1000ポリエーテルイミド7.5wt%のメチレンクロライド溶液を、蠕動ポンプにより約110～120g/分の割合で被覆機内へ噴霧する。この溶液は被覆機の底部にある1.2mmのノズルによりアトマイジング圧力4barでアトマイズされる。被覆機の運転条件は、エアフラップ設定40%、「Aプレート」使用、流入空気温度約35～40℃にする。被覆機への溶液噴霧量が約1700g（3.75ポンド）になるまで処理を継続させた。その時点で溶液の添加を停止させたが、被覆された粒子はそのまま流動状態に維持して溶剤を蒸発させた。最終的な被覆済粉末は熱可塑性樹脂量が約0.75wt%である。

本発明の粉末組成物の作成において、熱可塑性樹脂被覆鉄粒子を熱可塑性樹脂被覆粒子の重量の約1%以下、望ましくは約0.05～

0.4%の量の窒化硼素と混合する。この窒化硼素粉末粒子は重量平均粒径が約20μm未満であることが望ましく、約10μm未満であれば更に望ましく、最大粒径は約100μm以下、望ましくは約60μm以下である。本発明に用いる窒化硼素は六方晶の結晶構造を持つことが望ましい。立方晶の窒化硼素は強度特性は優れているが、六方晶のような潤滑性が無いので本発明に用いるには余り望ましくない。適当な窒化硼素粉末としてUnion Carbide 社から市販されているHCV窒化硼素があり、これは粒径範囲が約1～60μm、平均粒径が約4μmである。粉末混合分野で知られている標準的な機械混合法により、窒化硼素粉末と、被覆済鉄粒子とを混ぜ合わせる。

上記の熱可塑性樹脂被覆鉄粉末と窒化硼素との混合物を適当な成形技術により磁心に成形することができる。望ましい態様では、圧縮成形法において金型を熱可塑性樹脂材料のガラス転移温度より高い温度に加熱して、磁性部品の成形を行う。この温度は、熱可塑性樹脂材料としてポリエーテルスルホンまたはポリエーテルイミドを用いる場合には、475℃以上、望ましくは500℃より高い温度とする。上記の混合物を金型内に装填し、通常の粉末冶金圧力をかけて所望の部品を加圧成形する。熱可塑性樹脂を良く流動させてプレス成形後の強度を確保するために必要な高い金型温度では、ステアリン酸亜鉛のような通常の低い温度用の金型潤滑剤は役に立たない。典型的な圧縮成形法では、成形圧力は約5～200トン/平方インチ（tsi）、望ましくは約30～60tsiである。一般にこの加圧成形工程で用いる温度および圧力は、粉末組成物から丈夫な一体部材を形成するのに十分な温度および圧力である。窒化硼素が潤滑剤として存在することにより、抜き取り圧力・滑り突き出し圧力を小さくして高温で上記圧縮工程を行うことができる。熱可塑

性樹脂を被覆された鉄粒子の性質およびこの粒子から作られた成形品の性質に対する窒化硼素 (BN) の添加量の影響を調べた。元になる鉄粒子として ANCORSTEEL A1000C (平均粒径 $75\mu\text{m}$) を用い、これに前述の Wurster 被覆機により ULTEM®樹脂 1000ポリイミドを総重量の 0.75% の量で被覆した。圧力を 30、40、50 トン/平方インチ (tsi) に変えて加圧成形した棒材について横方向の破断強さ (TRS) を試験した。棒材は長さ 1.25 インチ、幅 0.5 インチ、厚さ 0.25 インチであった。50 tsi で成形した環状試料を用いて磁気的性質を調べた。加圧は全て温度 525°F で行った。環状試料に #28 AWG ワイヤを一次側 70 回と二次側 70 回巻き付けた。

表 1 に示したように、熱可塑性樹脂被覆粒子への BN の添加により組成物の流速が増加し、特に BN 量が約 0.1 ~ 0.2 % のときにそれが顕著である。BN を含有する組成物の見掛け密度の増加も上記と同じ BN 量のところで最大になっている。

表 1
0.75% の Ultem で被覆した鉄粉末に
窒化硼素を混合したときの見掛け密度と流動性

BN 含有量 (wt%)	見掛け密度 (g/cc)	流動性 (sec/50g)
0.0 (比較材)	2.68	29.2
0.1	3.01	25.6
0.2	3.01	25.9
0.3	2.95	26.9

30、40、および 50 tsi での圧縮後の性質も調べた。BN 添加の劇的な効果を表 2 に示す。抜き取り圧力・滑り突き出し圧力はいずれも BN 添加で減少しており、金型の損耗と成形品の抜き底が大幅に減少することが見込める。抜き取り圧力・滑り突き出し圧力は下記の方法で測定する。成形工程を行った後に、片方のパンチを金型から取り出し、もう一方のパンチに圧力をかけて製品を金型から押し出す。製品が移動し始めるのに要した荷重を記録する。製品が移動し始めたら 0.10 cm (0.04 インチ) /秒の速度で金型から押し出す。5 秒後 (製品が 0.5 cm、0.5 インチ移動したとき) にかかっていた荷重も記録する。測定は同じ加圧速度・加圧時間で行い製品が常に金型キャビティの同一部位にあるようにすることが望ましい。上記の各荷重を金型本体と接触している製品の面積で除して圧力に換算する。抜き取り圧力は上記移動が開始したときの圧力である。滑り圧力は上記 5 秒後の圧力である。

強度の測定には、PM 成形品のための材料標準の標準 41 (メタル・パウダー・インダストリー・フェデレーション発行 (1990~91 年版: Materials Standards for PM Structured Parts, Standard 41, published by Metal Powder Industry Federation (1990-91 Ed.)) に掲載されている横方向破断強度の式を用いた。BN の添加量が多くなるほど、得られる強度は低下する。これに対して、BN 量を少なくして成形圧力を高くすると、加圧成形後の強度は比較材の強度に近くなる。

表 2 は加圧成形後の密度に対する BN の効果も示している。BN の密度 (2.21g/cm^3) が鉄に比べて低いので、BN 量が増えたと密度は予想通り低下する。圧縮成形品の理論密度の比率も表 2 に示した。理論密度に対する BN 添加の効果は成形圧力が低いときに非常に明瞭になる。これから、圧力が低い場合は内部潤滑が行わ

表 2

0.75% の Ultem で被覆した A1000C 鉄粉末に
窒化硼素を混合したときの他の物理的性質

BN (#%)	成形圧力 (tsi)	抜き取り 圧力 (psi)	滑り突き出し 圧力 (psi)	横方向破断 強度 (psi)	成形密度 (g/cm ³)	理論密度 (%)
0.0 (比較材)	50	5,680	5,680	18,950	7.391	96.4
	40	—	—	19,967	7.316	96.6
	30	—	—	17,655	7.114	98.9
0.1	50	5,550	4,800	18,730	7.377	97.6
	40	—	—	17,746	7.315	96.8
	30	—	—	14,987	7.112	94.1
0.2	50	4,810	4,230	18,070	7.357	97.6
	40	—	—	16,583	7.296	96.8
	30	—	—	14,782	7.106	94.3
0.3	50	3,740	3,040	17,390	7.337	97.6
	40	—	—	15,638	7.273	96.7
	30	—	—	14,843	7.104	94.5

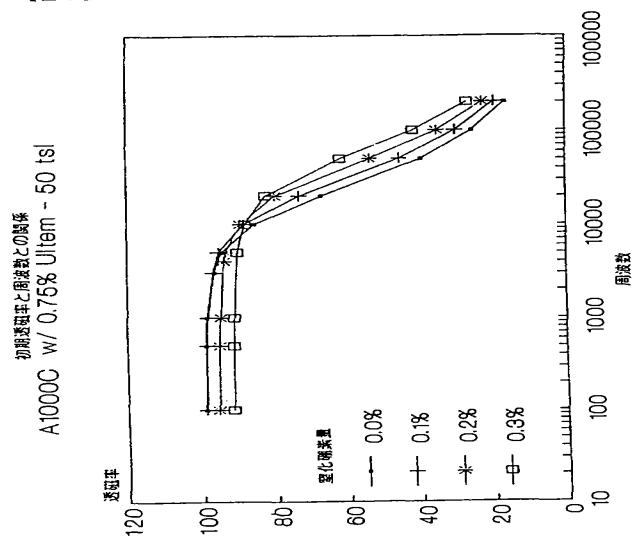
れており、圧力が高い場合は内部潤滑の重要度が低くなるということが分かる。BN 添加した場合に低い成形圧力で高い理論密度が得られていることは、同じ製品密度を低い成形圧力で得ることができ、金型の損耗が少なくなるという利点がある。

BN 添加した場合の磁気的性質を図 1 ~ 図 3 に示す。図 1 は 10 ガウスでの透磁率と周波数の関係を示す。BN は非磁性なので、BN 量が多くなると交流での透磁率は低周波数側で僅かに低下する。しかし、高周波数側では BN 添加物の持つ抵抗特性によって製品の透磁率は高くなっている。その主な原因の一つは、図 3 に示した渦電流損の減少である。

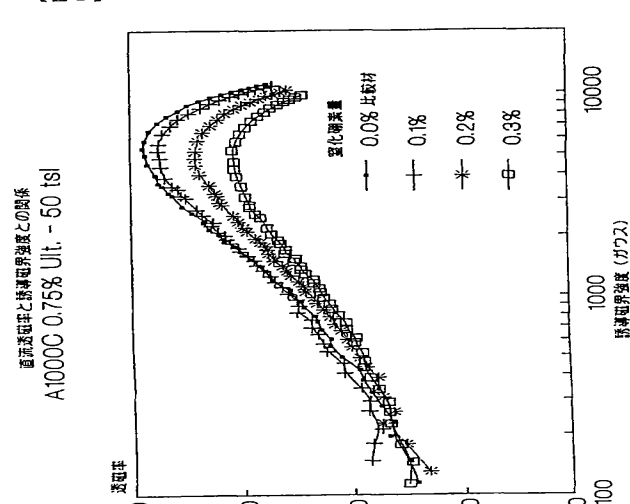
直流での透磁率と誘導磁界強度および BN 量との関係を図 2 に示す。直流での透磁率は BN 量の増加に伴い低下している。これは主に成形品密度の減少が原因である。

交流でのヒステリシスループを解析した結果、BN 添加によって鉄損が大幅に減少することが分かった。この鉄損全体はヒステリシスループの面積と図 3 の渦電流損とに分けられる。ヒステリシス損は BN 量が増加しても比較的一定している。しかし、渦電流損は BN 量の増加による顕著な低下が認められる。図 3 のグラフには示していないが、高作動周波数域では BN 量の多い製品で透磁率が最高になり鉄損が最低になっている。BN 量の増加によって得られる鉄損の減少およびそれに対応した渦電流損の減少は、渦電流損がヒステリシス損を上回る高周波数域で顕著な特徴となる。

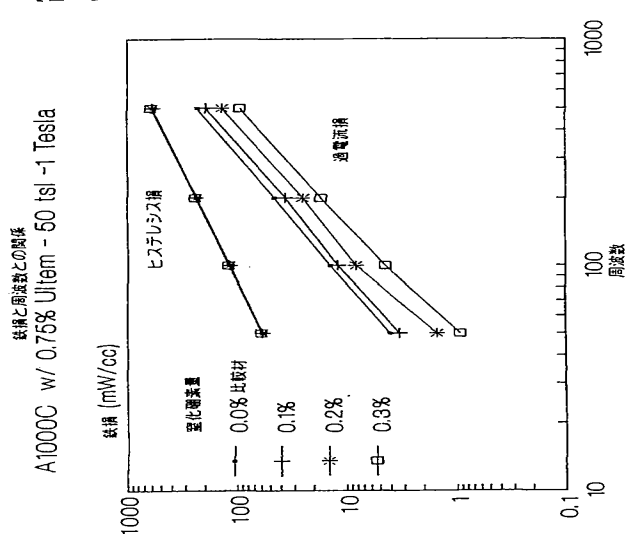
【図1】



【図2】



【図3】



国際調査報告

National application No. PCT/US92/04127	
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC Class. : B32B 2/16, C08B 23/04 US CL. : 428/407; 352/63.34; 75/234 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC	
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : 428/407; 352/63.34; 75/234 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched	
Significant data have been consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) Infr., Burren, Brown, Shultz, program core, shell or meat	
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passage US-A, 4,847,063 (Ward et al) 07 August 1990 Abstract and col. 2, lines 47-49, col. 3, lines 28-30. US-A, 4,927,461 (Cibulka et al) 22 May 1990 col. 2, lines 9-13 and col. 3, lines 28-30. US-A, 3,955,240 (Yamaguchi et al) 27 January 1976.
	Relevant to claim No. 1-21 1-4 1
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See parent family entries.	
* "a" Special categories of documents "b" Documents published on or after the international filing date "c" Documents published on or after the international filing date "d" Documents published on or after the international filing date "e" Documents published on or after the international filing date "f" Documents published on or after the international filing date "g" Documents published on or after the international filing date "h" Documents published on or after the international filing date "i" Documents published on or after the international filing date "j" Documents published on or after the international filing date "k" Documents published on or after the international filing date "l" Documents published on or after the international filing date "m" Documents published on or after the international filing date "n" Documents published on or after the international filing date "o" Documents published on or after the international filing date "p" Documents published on or after the international filing date "q" Documents published on or after the international filing date "r" Documents published on or after the international filing date "s" Documents published on or after the international filing date "t" Documents published on or after the international filing date "u" Documents published on or after the international filing date "v" Documents published on or after the international filing date "w" Documents published on or after the international filing date "x" Documents published on or after the international filing date "y" Documents published on or after the international filing date "z" Documents published on or after the international filing date	
Date of the international search report 08 JULY 1992	
Date of mailing of the international search report 27 AUG 1992	
Name and mailing address of the ISA/ E. ROLLINS BUFFALO Buffalo, N.Y. 14203 Telephone No. (716) 208-2331	
Form PCT/ISA/210 (second sheet/July 1992)	

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I
C O 9 C 1/62	P B L	6904 - 4 J	
	P B N	6904 - 4 J	

(72) 発明者 クイン, ブルックス
アメリカ合衆国, ニュージャージー
08053, マールトン, ホースショウ レー
ン 136

【公報種別】特許法第17条第1項及び特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成11年(1999)10月12日

【公表番号】特表平6-507928

【公表日】平成6年(1994)9月8日

【年通号数】

【出願番号】特願平5-500232

【国際特許分類第6版】

C08K 3/22 KAE

B22F 1/00

1/02

C08K 3/38 KAH

C08L 101/00 LSY

C09C 1/62 PBL

PBN

【F I】

C08K 3/22 KAE

B22F 1/00 W

1/02 B

C08K 3/38 KAH

C08L 101/00 LSY

C09C 1/62 PBL

PBN

手続補正書

平成11年 6月 7日

特許庁長官 伊藤 健 様 取

1. 事件の表示

平成5年特許願第500232号

2. 補正をする者

名称 オーガニズ コーポレーション

3. 代理人

住所 〒105-8423 東京都港区虎ノ門5番1号 虎ノ門37森ビル

青和特許法律事務所 電話 03 5470 1900

氏名 弁護士(1151) 石 田 敬

4. 補正対象書類名

請求の範囲

5. 補正対象項目名

請求の範囲

6. 補正の内容

請求の範囲を別紙のとおりに補正する。

7. 添付書類の提出

請求の範囲

1 通



請求の範囲

1. 炭素繊維系組成物であって、

熱可塑性樹脂材料の被覆を周面に施した芯部材としての炭粒子であって、この炭覆付炭粒子の重量が0.001%～15%が上記熱可塑性樹脂材料である炭粒子、および

上記炭覆付炭粒子の重量の1wt%以下の量で上記炭覆付炭粒子に添付されている導電性粉末

を含んで成る芯部材成形体の導電性炭素組成物。

2. 上記炭覆付炭粒子の重量の0.05～2.0 %の量で上記炭素化合物が存在する請求項1記載の組成物。

3. 上記熱可塑性樹脂材料が上記炭覆付炭粒子の0.4～2.0 %を構成し、上記炭覆付炭粒子は炭素密度が $2.4 \text{ g/cm}^3 \sim 2.7 \text{ g/cm}^3$ である請求項2記載の組成物。

4. 上記熱可塑性樹脂材料が上記炭覆付炭粒子の重量の0.0～0.9 %を構成する請求項1記載の組成物。

5. 上記熱可塑性樹脂材料が、ポリエチレンスルホン、ポリニテイルミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、およびこれらの組み合わせから選ばれる群から選択される請求項1記載の組成物。

6. 上記芯部材である炭粒子は重量平均粒径が $10 \sim 200 \mu\text{m}$ である請求項5記載の組成物。

7. 芯部材を作成する方法であって、

熱可塑性樹脂材料の被覆を周面に施した芯部材としての炭粒子であって、この炭覆付炭粒子の重量が0.001%～15%が上記熱可塑性樹脂材料である炭粒子と、上記炭覆付炭粒子の重量の1wt%以下の量で上記炭覆付炭粒子に添付されている導電性粉末とを含んで成る炭素粉末組成物を準備する工程、および

上記組成物を金型内で一体の芯部材を形成するのに十分な温度および圧力で圧縮する工程

を含んで成る、芯部材の作成方法。

8. 上記炭素化合物が上記炭覆付炭粒子の重量の0.05～0.4 %の量で存在する請求

項7記載の方法。

9. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆付粒子の重量の0.1〜2.0%を構成し、上記被覆付粒子は見掛け密度が $2.4\text{ g/cm}^3 \sim 2.7\text{ g/cm}^3$ である請求項8記載の方法。

10. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆付粒子の重量の0.6〜0.9%を構成する請求項7記載の方法。

11. 上記熱可塑性樹脂材料がポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、およびこれらの組み合わせから選択される請求項7記載の方法。

12. 上記芯部材である鉄粉末は重量平均粒径が10〜200 μm である請求項11記載の方法。

13. 上記加工工程が圧縮成形プロセスの一部である請求項8記載の方法。

14. 上記圧縮成形プロセスが、上記金型を上記熱可塑性樹脂材料のガラス転移温度よりも高い温度に加熱する工程、および

上記金型内にある上記粒子に $5 \sim 200\text{ tsi}$ の圧力をかける工程を含んで成る請求項13記載の方法。

15. 上記圧縮圧力が 50 tsi より低く $5,750\text{ psi}$ 未満の抜き取り圧力 $5,000\text{ psi}$ 未満の抜き出し圧力を生成する請求項14記載の方法。

16. 下記の工程、

- (a) 重量平均粒径が10〜200 μm である鉄粒子を準備する工程、
- (b) 熱可塑性樹脂材料を有機溶媒に溶かした被覆溶液を準備する工程、
- (c) 窒素の流れの中で上記粒子を乾燥させる工程、
- (d) 上記乾燥された粒子を 25°C 以上で上記溶媒の沸点より低い最低温度にまで加熱する工程、および

(e) 上記乾燥された粒子を上記被覆溶液に接触させる工程を含んで成る、鉄粒子に熱可塑性樹脂材料を被覆する方法。

17. 上記熱可塑性樹脂材料が、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、およびこれらの組み合わせから選

択される請求項16記載の方法。

18. 上記熱可塑性樹脂材料が上記被覆溶液の5〜10wt%を構成する請求項16記載の方法。

19. 上記溶媒がメチレンクロライドである請求項18記載の方法。

20. 十分な被覆溶液を用いて、見掛け密度が $2.4\text{ g/cm}^3 \sim 2.7\text{ g/cm}^3$ である被覆付粒子を形成する請求項18記載の方法。

21. 十分な被覆溶液を用いて、上記被覆付粒子の重量の0.4〜0.9%の熱可塑性樹脂被覆を持つ被覆付粒子を形成する請求項20記載の方法。